

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 10-206333
 (43) Date of publication of application : 07.08.1998

(51) Int.CI.

G01N 21/73

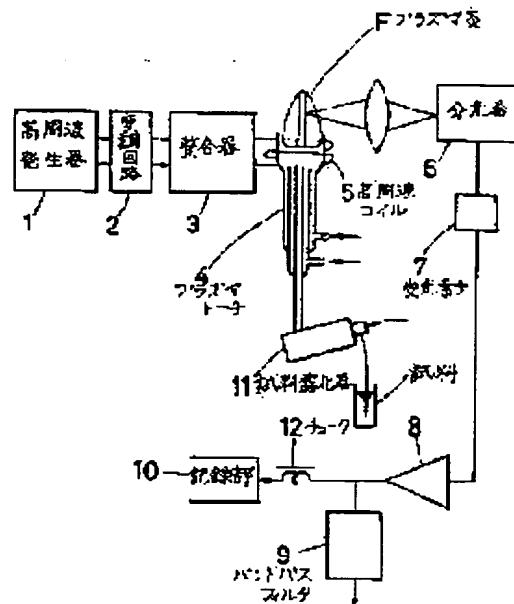
(21) Application number : 09-019926 (71) Applicant : SHIMADZU CORP
 (22) Date of filing : 18.01.1997 (72) Inventor : OKADA KOJI

(54) ICP EMISSION SPECTROSCOPIC ANALYSIS DEVICE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the measurement accuracy by modulating the amplitude of the high frequency power, performing the spectral analysis of the light to be radiated from the plasma flame formed thereby, and removing the signal component of the same frequency as the amplitude modulation frequency from the detected signal.

SOLUTION: The sample solution is sucked into a sample atomizer 11 in which the carrier gas is blown, and introduced into the plasma flame F to be atomized, generates the light by the thermal and electric excitation, and is incident on a spectroscope 6 through an outer high temperature part of the plasma flame F. The light spectral analysis by the spectroscope 6 is detected by a light receiving element 7, and its output is fed to a recording part 10 through an amplifier 8, the signal of the frequency two times the modulation frequency of the modulation circuit 2 is bypassed and removed, and the rest of the frequency is transmitted to the recording part 10 through a choke 12 for cutting the AF signal, and becomes the measurement signal. The ratio S/B of the signal to background is increased, and the measurement accuracy is improved.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-206333

(43)公開日 平成10年(1998)8月7日

(51)Int.Cl.⁶
G 0 1 N 21/73

識別記号

F I
G 0 1 N 21/73

審査請求 未請求 請求項の数1 FD (全4頁)

(21)出願番号 特願平9-19926

(22)出願日 平成9年(1997)1月18日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 岡田 幸治
京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会
社島津製作所三条工場内

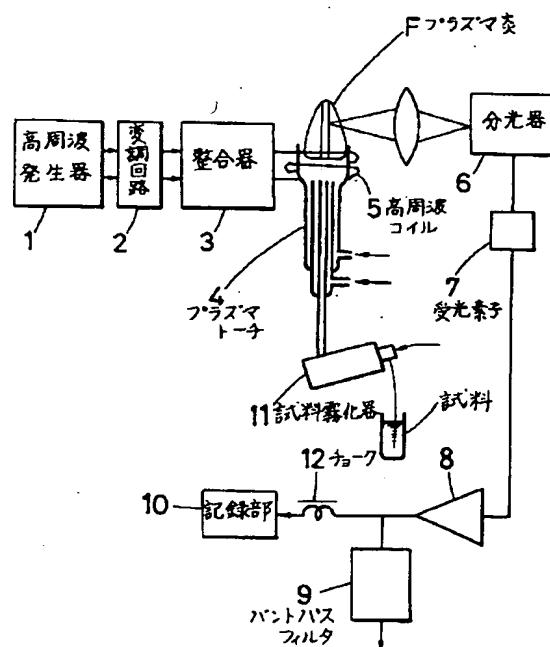
(74)代理人 弁理士 縣 浩介

(54)【発明の名称】 ICP発光分光分析装置

(57)【要約】

【課題】 ICP発光分光分析で信号対バックグラウンド比(S/B)を改善する。

【解決手段】 プラズマ炎を形成させる高周波電力に振幅変調を行い、分光出力から上記変調周波と同じ周波数の成分を除去して、これを測定出力とする。ICP発光分析ではプラズマ炎の芯に近い部分から出た光をプラズマ炎の表面の高温部を通して測光する。このためプラズマ炎の高温部の発光が試料成分の発光に対し強いバックグラウンドを形成している。高周波を振幅変調した場合、その振幅に応じて発光強度が主に変化するのはプラズマ炎の表面付近であるから上記した所によってバックグラウンド成分が除去できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 プラズマ炎を形成させる高周波電力を振幅変調し、この高周波電力によって形成されたプラズマ炎から放射される光を分光し、分光された光の検出信号から上記変調周波数と同じ周波数の信号を除去した信号を測定出力とすることを特徴とするICP発光分光分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はICP発光分光分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 ICP発光分光分析ではプラズマトーチに送られる試料を混入されたキャリヤガスを高周波コイルで囲み、高周波電場でイオン化してプラズマ炎を形成させ、プラズマ炎の高温で試料原子を発光させるのであるが、試料原子の発光が試料を含んだキャリヤガスの低温領域を通過するときその試料原子によって吸収されて測定に対する有効光量が減少する。このためICP発光分析ではプラズマトーチが形成しているプラズマ炎の中心部に試料を含んだキャリヤガスを供給して、プラズマ炎は外周の方が中心部よりも高温であるようにしている、従ってプラズマ炎中の試料原子の主たる発光領域はプラズマの中心部にあり、その発光をプラズマ外周の高温領域を通して測定することになる。所がプラズマ炎の外周部は高温であるためアルゴン等のプラズマ炎形成ガスが強く発光しており、分光測定でこれが試料原子の輝線光に対し強いバックグラウンドを形成している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 従って、従来のICP発光分光分析は信号対バックグラウンドの比S/Bが低い状態で行われていた。この点に鑑み本発明はICP発光分光分析において測定出力のS/B比を高めようとするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 プラズマ炎を形成させる高周波電力を振幅変調し、この高周波電力によって形成されたプラズマ炎から放射される光を分光し、その検出信号から上記振幅変調周波数と同じ周波数の信号成分を除いて、それを測定出力とするようにした。

【0005】

【発明の実施の形態】 図1に本発明の実施の形態の一例を示す。図で4がプラズマトーチで、3重管となっており、夫々の管にはキャリヤガスとしてArが供給される。試料は3重管の中の中心管を通して、プラズマ炎Fの中心部に導入される。即ち試料溶液がキャリヤガスを吹込まれて試料霧化器11に吹き上げられ、霧状になってキャリヤガスに運ばれ、プラズマ炎中に導入されるのである。プラズマトーチの中管に主にプラズマ炎を形成するキャリヤガスが供給される。一番外側の管にはブ

ラズマトーチを冷却するためキャリヤガスが送られている。試料はプラズマ炎中で原子化され、熱的、電気的励起により発光している。この原子はプラズマ炎の中心付近で高濃度であり、プラズマ炎の外側面近くの高温部では殆ど存在しない。つまり分光分析に有用な光はプラズマ炎の中の方で放射されており、この光がプラズマ炎の外側の高温部を通して分光器6に入射せしめられるのである。

【0006】 図で1は高周波発生器でその出力は変調回路2を通してAF周波数で変調され、整合器3を介して、プラズマトーチ4を囲む高周波コイル5に供給される。このコイルが作る高周波電磁界によりプラズマトーチ4の口端でキャリヤガスが電離されプラズマ炎Fが形成される。

【0007】 プラズマ炎Fから放射された光は分光器6に導入される。分光器6で分光された光は受光素子7により検出される。受光素子7の出力はアンプ8を経て記録部10に送られるが、途中でバンドパスフィルタ9により、変調回路2の変調周波数の2倍の周波数の信号がバイパスされて除かれ、残りの信号はAF信号カット用のチョーク11を通して記録部10に送られるのである。この記録部10に記録される信号が求める測定信号である。

【0008】 図2でAは高周波電力を変調していないときの受光素子7の出力で、横軸は波長であり、中央に現れているピークが試料原子が発している輝線光である。このピークの両側には高いレベルのバックグラウンドBが現れている。図2Bは高周波電力を変調する変調信号の波形で、Cがこの信号で変調した場合の検出器7の出力でTが変調周期である。DはCの信号から変調成分を除いた信号即ち記録部10に送られる信号である。このDのカーブで分るようにAのカーブよりピークに対するバックグラウンドレベルが低下している。

【0009】 図3は図2のDがAよりバックグラウンドレベルが低下している理由を説明するものである。図3Aのカーブはプラズマ炎の中心付近の発光だけを示し、これはバックグラウンドは低い。図3Bは高周波を変調しないときのプラズマ炎外表面の発光を示し、試料原子の発光成分が殆どなくて発光強度は波長に関せず略平坦である。図3Cは高周波を変調したときの炎外表面の発光を示し、変調周波数に従って周期的変動をしている。第2図のAは図3Aと同Bを重ねたものであり、本発明における受光素子7の出力は図3Aと同Cを重ねたものである。図3Dは記録部10に送られる図3Cの信号で、これは図3Cの信号を平均化したものに相当し、図3Bよりレベルが低下している。つまりバックグラウンドが低下するのである。

【0010】 プラズマ炎を形成させる高周波電力を変調した場合、プラズマ炎の外側高温部がその変調に応じて発光強度が変化するのに、炎の中央部が応じない理

由は、高周波コイルからプラズマ炎にエネルギーを供給している電磁界は高周波の表皮効果によってプラズマ炎の表面付近に形成されており、プラズマ炎の中心部は外周部の高温から熱伝導によって加熱されており、プラズマ炎の表面が A F 周波数で温度変化しても中心部はその熱容量により応動できないためと考えられる。高周波変調の周波数および変調深さを考えると、変調周波数は高い方が信号処理はし易い。しかしプラズマ炎の表面付近の発光は電磁界による励起の他熱的励起もあるので周波数が高くなる程、プラズマ炎表面の温度の追従性が低下し、発光強度の変調周波数への応動が悪くなる。他方変調周波数が低過ぎると、プラズマ炎の中心部までが変調周波数に応動するようになり、所期の目的が達成できなくなる。変調率は 100%までは深い程よいように思われるが、整合回路の特性に帯域幅を持たせる必要が生じて回路構成が難しくなるし、変調周波数が低いときはプラズマが不安定になる。しかし理由が何であれ、最適の変調周波数と変調率は色々な因子例えばプラズマトーチの寸法、キャリヤガス流量等が作用して決まるので、一概に適値を決めることは困難で、装置において実験的に探る他ないが、適値からのずれに対して敏感ではないので、一般的には例えば高周波電力の周波数 2.7 MHz 程度の場合、変調周波数は 30 Hz ~ 数 10 KHz 程度、変調深さは 50 ~ 100% で、変調周波数が高い程深く *

* 設定できる。

【0011】

【発明の効果】本発明はプラズマ炎を励起する高周波電力を変調するだけであるから、装置構造としては（特に光学系が）複雑化することなしに測定の S / B を向上させることができ、ICP 発光分光分析の感度向上が得られる。なお本発明では上記変調周波数とは別の周波数で例えば分光器で光を断続する等の方法で受光素子 7 よりの出力を変調することにより、信号処理を容易にすることを妨げない。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施形態を示すブロック図

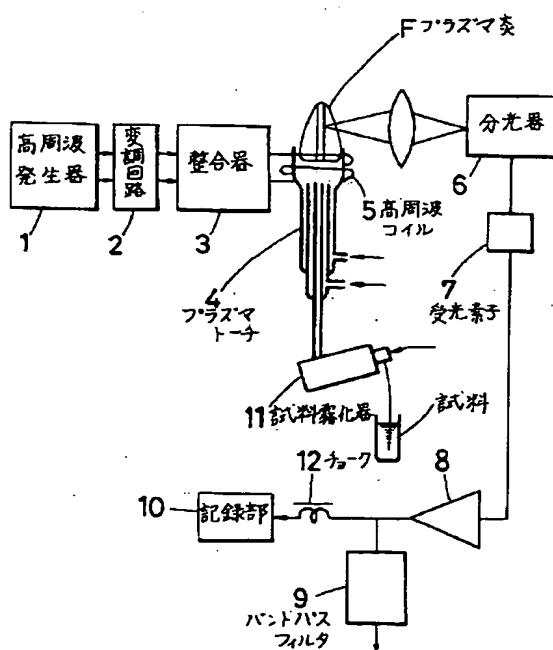
【図2】 上記実施形態における動作を示す波形図

【図3】 本発明の作用を説明する波形図

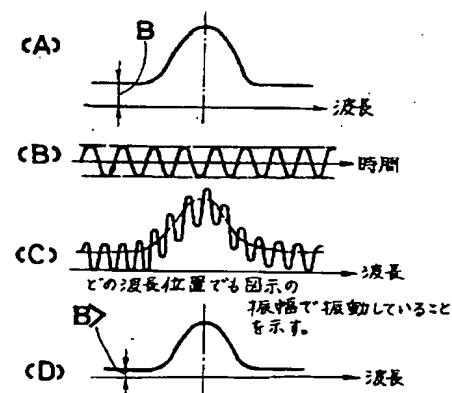
【符号の説明】

1	高周波発生器
2	変調回路
3	整合器
4	プラズマトーチ
5	高周波コイル
6	分光器
7	受光素子
8	アンプ
9	バンドパスフィルタ
10	記録部

【図1】



【図2】



【図3】

